

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-012355

(43)Date of publication of application : 21.01.1991

(51)Int.Cl.

C04B 35/10

(21)Application number : 01-143112

(71)Applicant : MITSUBISHI HEAVY IND LTD

(22)Date of filing : 07.06.1989

(72)Inventor : TSUNODA HIDEO  
MOTOMURA HIKARI  
TERAI HISANOBU  
YAMAMOTO HIROICHI  
YASUDA FUKUJI

## (54) SINTERED COMPACT FOR TOOL AND ITS PRODUCTION

### (57)Abstract:

PURPOSE: To provide a sintered compact for tool capable of low-temp. sintering and causing neither breaking nor abnormal wear of tip at the time of high-speed machining by adding specific amounts of monoclinic ZrO<sub>2</sub> having specific grain size to Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in which SiC whiskers and ZrO<sub>2</sub> fibers are incorporated.

CONSTITUTION: This sintered compact for tool is produced by sintering a powder mixture which consists of 1-10wt.% monoclinic ZrO<sub>2</sub> of  $\leq 1000\text{\AA}$ ; average grain size and 90-99wt.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> containing 5-20vol.% SiC whiskers or/and ZrO<sub>2</sub> fibers. Since ZrO<sub>2</sub> enables the low-temp. sintering of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and is uniformly dispersed in the surface of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> grains, and further, at the time of sintering, ZrO<sub>2</sub> absorbs impurity components in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and also forms solid solutions together with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, grain boundaries are firmly bound. When the average grain size of ZrO<sub>2</sub> is  $\geq 1000\text{\AA}$ , uniform dispersion into Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> cannot be attained, and, as to the additive quantity of ZrO<sub>2</sub>, grain boundary binding power is insufficient when it is  $\leq 1\%$  and, on the other hand, the effect caused by increased amount of ZrO<sub>2</sub> cannot be attained when it exceeds 10%. SiC whiskers and ZrO<sub>2</sub> fibers are added principally in order to increase the toughness of the sintered compact.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## ⑫ 公開特許公報(A) 平3-12355

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)1月21日

C 04 B 35/10

E

8924-4G

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全4頁)

⑭ 発明の名称 工具用焼結体及びその製造方法

⑯ 特 願 平1-143112

⑰ 出 願 平1(1989)6月7日

⑱ 発 明 者 角 田 英 雄 長崎県長崎市飽の浦町1番1号 三菱重工業株式会社長崎研究所内

⑲ 発 明 者 本 村 光 長崎県長崎市飽の浦町1番1号 三菱重工業株式会社長崎研究所内

⑲ 発 明 者 寺 井 久 宣 広島県広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社広島研究所内

⑲ 発 明 者 山 本 博 一 神奈川県横浜市金沢区幸浦1丁目8番地 三菱重工業株式会社基盤技術研究所内

⑳ 出 願 人 三菱重工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番1号

㉑ 代 理 人 弁理士 光石 英俊 外1名

最終頁に続く

## 明 細 書

## 1 発明の名称

工具用焼結体及びその製造方法

## 2 特許請求の範囲

- (1) 平均粒子径が1000Å以下の単斜晶 $ZrO_2$  1～10重量%と、SiCウィスカ又は/及び $ZrO_2$ ファイバを5～20体積%含有してなる $Al_2O_3$  90～99重量%との混合粉末を、焼結してなることを特徴とする工具用焼結体。
- (2) 平均粒子径が1000Å以下の単斜晶 $ZrO_2$  1～10重量%と、SiCウィスカ又は/及び $ZrO_2$ ファイバを5～20体積%含有してなる $Al_2O_3$  90～99重量%との混合粉末を、成形した後、真空もしくは不活性ガス雰囲気中、1500℃以下の温度で加圧焼結することとを特徴とする工具用焼結体の製造方法。

## 3 発明の詳細な説明

## &lt;産業上の利用分野&gt;

本発明は、工具用焼結体及びその製造方法

に関し、特に例えば鋼等の高硬度材料の高速切削加工に用いて最適なものである。

## &lt;従来の技術&gt;

例えば $Al_2O_3$  (酸化アルミニウム)等のセラミックスは高速度工具鋼や超硬合金に比べて硬さが高く塑性変形しにくい特徴があることから、工具材料として用いられている。

この $Al_2O_3$ を主成分とするセラミックス工具は、化学的には安定であるが強さと靱性が低いために欠損し易いという問題がある。従来では、これを改善するため、例えば部分安定化 $ZrO_2$ と複合させた工具が提案されていたり(特公昭61-5431号公報)、また $Al_2O_3$ にSiCウィスカを添加した $Al_2O_3$ 系材料が提案されている(松原他、「昭和62年窯業協会年会講演予稿集」P59, 1987年)。

## &lt;発明が解決しようとする課題&gt;

しかしながら、従来の $ZrO_2$ (ジルコニウム)を添加した $Al_2O_3$ 系材料を切削工具として用

いる場合、 $ZrO_2$ は $Al_2O_3$ に比べ硬度が低く且つ1100℃付近に正方晶系と単斜晶系との結晶変態があるため、転移に対して約9%の体積変化を伴うこととなり、使用に際して刃先の一部が1400℃を超えるような高速切削では刃先の欠損、異常摩耗の原因となっている。

また、近年切削加工の高速化に加えて、工作機械のNC化や工場の無人化が進むようになって来ており、突発的な工具欠損が発生することは、加工機械等の損傷や設備稼働率の低下等につながるため、セラミックス工具が普及しない要因となっている。

更に、 $Al_2O_3$ にSiCウィスカを添加した場合、例えば鋼の高速切削用工具として使用する際、被削材であるFeとの反応により、異常摩耗を示し、使用できないという問題がある。

#### <課題を解決するための手段>

前記課題を解決するための本発明にかかる

では、平均粒子径が1000Å以下の単斜晶 $ZrO_2$ を $Al_2O_3$ に添加することにより、 $Al_2O_3$ 粒子の表面に均一に上記 $ZrO_2$ が分散され、低温焼成の際に、該 $ZrO_2$ が $Al_2O_3$ の不純物成分を吸収し、且つ $Al_2O_3$ とも固溶体を形成するため粒界は強固に結合されることになるからである。

また、粉末を原料とするセラミックスの焼結では、一般に、焼結温度が高い程結晶粒が粗大化する傾向があるため、焼結温度を低くして結晶粒を微細化する試みがなされているが、焼結温度が低い場合、結晶粒同志の結合が弱いため、工具として使用した際、簡単に結晶粒が脱落し、摩耗が著しいという問題があった。そこで、本発明のように平均粒子径が1000Å以下の単斜晶 $ZrO_2$ を $Al_2O_3$ に添加することで、結晶粒同志の結合力の改善を図るようにしたものである。

ここで、上記 $ZrO_2$ の平均粒子径を1000Å以下としたのは、少量での均一分散を図る

工具用焼結体の構成は、平均粒子径が1000Å以下の単斜晶 $ZrO_2$  1~10重量%と、SiCウィスカ又は/及び $ZrO_2$ ファイバを5~20体積%含有してなる $Al_2O_3$  90~99重量%との混合粉末を、焼結してなることを特徴とし、また工具用焼結体の製造方法の構成は、平均粒子径が1000Å以下の単斜晶 $ZrO_2$  1~10重量%と、SiCウィスカ又は/及び $ZrO_2$ ファイバを5~20体積%含有してなる $Al_2O_3$  90~99重量%との混合粉末を、成形した後、真空もしくは不活性ガス雰囲気中、1500℃以下の温度で加圧焼結することを特徴とする。

以下本発明の構成を詳細に説明する。

本発明で $Al_2O_3$ に添加混合する $ZrO_2$ とは、単斜晶型( $m-ZrO_2$ )の結晶型を有するもので、その平均粒子径を1000Å以下と規定するのが望ましい。このような上記 $ZrO_2$ を $Al_2O_3$ に添加するのは、安定化 $ZrO_2$ の相転移を利用するものではなく、 $Al_2O_3$ の低温焼成を可能とするためである。すなわち、本発明

ためであり、例えば、従来のように $Y_2O_3$ 等の安定化剤を用いて共沈法で製造した粒径が1000Å以上の $ZrO_2$ 粉末の添加では、本発明が目的としている $Al_2O_3$ 粒子への均一分散効果は期待できないからである。

また、本発明においては、 $Al_2O_3$ 粒子の表面に均一分散させるために、ジルコニアゾルの状態で $Al_2O_3$ と湿式混合するのが望ましい。そして、湿式混合後、乾燥した原料は、 $Al_2O_3$ の表面に単斜晶 $ZrO_2$ が均一にコーティングされた様相を呈している。

上記 $ZrO_2$ と $Al_2O_3$ との配合を、平均粒子径が1000Å以下の単斜晶 $ZrO_2$ を1~10重量%とし、 $Al_2O_3$ を90~99重量%と限定するのは、切削工具として用いる場合、 $ZrO_2$ が1重量%以下では粒界の結合力が不足し、摩耗が急速に進展して好ましくないからであり、一方、10重量%以上では $ZrO_2$ の増量効果が発現されないからである。

更に、上記 $ZrO_2$ を添加して残部の $Al_2O_3$

に、SiCウイスカとZrO<sub>2</sub>ファイバとを各々単独又は混合して添加するのは、主に得られた焼結体の靱性を高めるために添加するものである。一般にセラミックス焼結体を切削工具として用いる場合、前述したように、欠損し易いという問題があると共に、定常的な摩耗も結晶粒子の脱落によって進行する。従って、切削工具としては、靱性が高く、結晶粒が小さいほど、優れた性能を示すが、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を主体とした工具の場合、結晶粒が小さくなるほど欠損しやすい傾向がある。

そこで、本発明では、SiCウイスカやZrO<sub>2</sub>ファイバ等の“長さ／直径比”（いわゆるアスペクト比）が大きいものを使用するようにした。例えば、アスペクト比が1に近い粉体と比較して、アスペクト比の大きいものを使用した方が靱性向上の効果が大きくなる。また、後述するように、SiCウイスカ及び／又はZrO<sub>2</sub>ファイバの添加量の最大が20体積％に制限されることから、アスペクト比が大き

いものを使用するのが望ましいこととなる。

また、これらSiCウイスカ及び／又はZrO<sub>2</sub>ファイバの添加量を、ZrO<sub>2</sub>を添加した、残部のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>に対して5～20体積％とするのが好ましい。これは、5体積％以下では、靱性改善の効果が乏しく、また、20体積％以上では、本発明が目的とする鋼の高速切削加工においてSiCウイスカの場合、被削材との反応による異常摩耗が発生したり、ZrO<sub>2</sub>ファイバの場合、体積変化に伴う欠損を起したりし易いからである。

ここで、本発明で加圧焼結とは、例えば、ホットプレス法やHIP (hot isostatic pressing: 熱間静水圧加圧) 法による焼結法を用い、真空もしくは不活性ガス雰囲気中で、且つ焼成温度を1500℃以下で焼結することをいう。上記焼成温度を1500℃以下に限定するのは、前述したように工具の定常的な摩耗は粒径が細かいほど望ましいが、1500℃以上とすると、粒径の異常成長が顕著となり、

例えば切削工具として使用する場合、寿命の低下が著しいからである。

#### <実施例>

以下、本発明の好適な一実施例について詳細に説明する。

#### (焼結体の製造方法例)

平均粒径が0.3 μmの市販のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末、平均粒径が1000 Å以下で固形分が20％のZrO<sub>2</sub>の市販のZrO<sub>2</sub>ゾル、平均直径0.3 μm、平均長さ2 μmのSiCウイスカ、平均直径1 μm、平均長さ4 μmのZrO<sub>2</sub>ファイバを原料として用い、下記第1表に記載の組成に配合し、更に水、バインダ等を加えて湿式混合し、その後乾燥して原料粉を得た。この原料粉を所定の温度で真空中でホットプレス（圧力400 kgf/cm<sup>2</sup>）し、焼結した。その後スローアウェイチップ（ISO記号SNMN432（焼成後寸法12.7 mm×12.7 mm×4.76 mm、コーナ半径0.8 mm））の形状に加工して工具とした。

得られた工具用焼結体を用い、以下の条件で切削試験を行ない、それぞれの評価を行った。

○被削材：SCM220（H<sub>v</sub>300程度）

（φ150×400<sup>mm</sup>）

○速度：200 m/min

○切り込み：1.5 mm

○送り：0.2 mm/rev.

○寿命判定：逃げ面のフランク摩耗が

$V_b = 0.4$  mmとなった切削距離（m）。

信頼性：10回の切削試験で欠損した個

数。（少ないほど信頼性が高い。）

この切削試験結果を第1表に示す。

第 1 表

試料 番号	原 料 組 成 (Vol%)				焼成 温度 (°C)	V <sub>0</sub> -0.4mm 寿命 (m)	信頼性 欠損数 /10%	備考
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZrO <sub>2</sub> (重量%)	SiC粉末	ZrO <sub>2</sub> ファイバ				
1	100	—	—	—	1550	550	—	↑ 範囲外 ↓
2	99.0	1.0	—	—	1500	4800	3%	
3	97.0	3.0	—	—	1500	5000	1%	
4	90.0	10.0	—	—	1500	5000	1%	
5	80.0	20.0	—	—	1500	4500	2%	
6	92	3.0	5.0	—	1500	5000	0	↑ 範囲内 ↓
7	87	3.0	10.0	—	1500	5500	0	
8	77	3.0	20.0	—	1500	4500	0	
9	67	3.0	30.0	—	1500	500	0	↑ 範囲外 ↓
10	92	3.0	—	5.0	1500	5100	1%	
11	87	3.0	—	10.0	1500	5300	0	
12	77	3.0	—	20.0	1500	5000	3%	
13	67	3.0	—	30.0	1500	1500	6%	
14	87	3.0	10.0	—	1550	500	3%	↑ 範囲外 ↓
15	市販品 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -ZrO <sub>2</sub> 複合粒子					4700	1%	

第1表の結果より、原料組成がSiCウィスカ、ZrO<sub>2</sub>ファイバを含有するAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>に対してZrO<sub>2</sub>1～10重量%の場合(No.6～7及びNo.10～12)、範囲外の比較例と比較して優れた切削性能を示した。

#### < 発明の効果 >

以上実施例と共に説明したように本発明によれば、優れた耐熱性及び耐摩耗性を兼ね備えた工具用焼結体を提供でき、特に鋼等の高速切削加工等に使用した場合、優れた性能を発揮できるという効果を奏する。

特 許 出 願 人

三 菱 重 工 業 株 式 会 社

代 理 人

弁 理 士 光 石 英 俊

(他1名)

第1頁の続き

⑦発 明 者 安 田 福 司 東京都千代田区丸の内2丁目5番1号 三菱重工業株式会社  
社内